

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 56-059699

(43)Date of publication of application : 23.05.1981

(51)Int.Cl.

C30B 29/40

C30B 25/18

// H01L 21/205

(21)Application number : 54-134552

(71)Applicant : MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD

(22)Date of filing : 17.10.1979

(72)Inventor : OKI YOSHIMASA  
TOYODA YUKIO  
KOBAYASHI ATSUYUKI

### (54) GALLIUM NITRIDE GROWING METHOD

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain an epitaxially grown layer with satisfactory characteristics by selecting a face inclined by  $0.5W4^\circ$  from the low index face of a substrate crystal for the face orientation of the crystal in the epitaxial growth of gallium nitride on the substrate.

CONSTITUTION: The titled growing method is characterized by the selection of a face inclined by  $0.5W4^\circ$  from the low index face of a substrate crystal for the face orientation of the crystal. When the (0001) face of an  $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  single crystal or hexagonal system SiC and the (111) face of spinel is used as a substrate, a face inclined by  $0.5W4^\circ$  in the [10-10] or [11-20] direction and [110] or [100] direction, respectively is used. By growing gallium nitride using such a substrate crystal with off-angle, an epitaxial layer with satisfactory characteristics is obtd.

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭56—59699

⑬ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 30 B 29/40  
25/18  
// H 01 L 21/205

識別記号

庁内整理番号  
6703—4G  
6703—4G  
7739—5F

⑭ 公開 昭和56年(1981)5月23日

発明の数 1  
審査請求 未請求

(全 3 頁)

⑮ 窒化ガリウムの成長方法

川崎市多摩区生田4896番地松下  
技研株式会社内

⑯ 特 願 昭54—134552

⑰ 発 明 者 小林敬幸

⑱ 出 願 昭54(1979)10月17日

川崎市多摩区生田4896番地松下  
技研株式会社内

⑲ 発 明 者 大木芳正

⑳ 出 願 人 松下電器産業株式会社

川崎市多摩区生田4896番地松下  
技研株式会社内

門真市大字門真1006番地

㉑ 発 明 者 豊田幸雄

㉒ 代 理 人 弁理士 中尾敏男 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

窒化ガリウムの成長方法

2. 特許請求の範囲

(1) 窒化ガリウムを基板上にエпитキシャル成長させる窒化ガリウムの成長方法において、基板結晶の面方位を低指数面から $0.5^\circ$  ないし $4^\circ$  傾けた面に選ぶことを特徴とする窒化ガリウムの成長方法。

(2) 基板として $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  単結晶もしくは六方晶系 $\text{SiC}$ の(0001)面を用いる場合は[10 $\bar{1}$ 0]または[11 $\bar{2}$ 0]方向に、スピネル(111)面を用いる場合は[110]または[100]方向に $0.5^\circ$ ないし $4^\circ$  傾けた面を用いることを特徴とする特許請求の範囲第1項記載の窒化ガリウムの成長方法。

3. 発明の詳細な説明

本発明は窒化ガリウム結晶のエピタキシャル成長法に関するものである。

窒化ガリウムはエネルギーギャップが大きい半

導体であって主として青色領域での発光素子を作る材料として注目されている材料である。しかしながら窒化ガリウムは結晶成長温度での窒素の解離圧が高いことにより他の多くのいわゆるⅢ—Ⅴ族化合物と異って、バルクの単結晶が得られないためエピタキシャル成長を行なうにあたっては窒化ガリウム結晶を基板として用いることができず例えば $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$  単結晶や六方晶系の $\text{SiC}$ 、各種スピネルなどが基板として用いられている。このように異なる結晶間でのエピタキシー（通常ヘテロエピタキシーと言われる）の場合には、両者の結晶の物理的及び化学的性質が異っていることから例えば、

(1) 結晶格子の不整合

(2) 熱膨張係数の不一致

(3) 基板—エピ層の結合

等々多くの問題がある。これらは最終的には素子特性にも大きな影響を及ぼすことが十分考えられるにもかかわらず、現在まで殆んど解明されていないと言える。

例えば、窒化ガリウムを $\text{Si-H-SiC}$ 上にエピタキシャル成長させた場合、成長層が最終的に基板から剥離してしまうと言われている。これは基板とエピ層の結合が比較的弱く、成長温度(〜 $1000^{\circ}\text{C}$ )から室温までの温度差による熱膨張係数の差によるストレスを支えきれずに剥離したものと考えられる。

また基板としてサファイアのC面を用いた場合には窒化ガリウムとの格子定数が約13%も異なるために、まず基板表面上に島状に窒化ガリウム結晶が析出し、以降その島状結晶を中心にエピタキシャル成長がおこり、そのため成長した窒化ガリウム結晶表面はあたかも成長丘の集合体の様な状態を呈している。このように表面に凹凸がある場合には、エピタキシャル成長以降のプロセス、例えば電極付け、フォトリソ工程、組立て工程などに問題を生ずる。具体的には、マスク蒸着で電極付けを行う場合やフォトリソの塗付、焼付けなどにおいてパターンのボケを生じたり、裏面研磨の際の厚みの制御を不可能にするダイシン

が窒化ガリウムの成長後として働く。そのため成長の比較的早い時期から一定方向への面内成長が支配的となり、平滑な面が得られるものと考えられる。

オフアングルが大きくなると、ヘテロエピタキシーであることから、両方の結晶の間の結合様式が異なっていることにより均一なエピタキシャル成長ができにくくなり、導電性の高い六角形のビットが発生するようになるのが見られた。特に $4^{\circ}$ をこえるとビットが非常に多くなり時には多結晶成長になってしまうことがわかった。すなわちオフアングルの大きさにある適当な範囲が存在することを発見した。

以下実施例により説明する。

#### <実施例1>

窒化ガリウム結晶を $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 単結晶基板上に気相エピタキシャル成長させた。方法は、通常III-V族化合物半導体の気相成長においてよく知られているHClを用いた系で行った。反応系のキャリアガスとしては不活性ガス( $\text{Ar}$ ,  $\text{N}_2$ など)

の深さの制御をむつかしくする等々である。

本発明は基板の面方位を特殊なものとすることにより上記問題点を大巾に改善するものである。具体的には、窒化ガリウムのC面のエピタキシャル成長を行う場合において、基板結晶の面として通常用いられている低指数の面( $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ や六方晶 $\text{SiC}$ の場合はC面すなわち(0001)面、スピネルの場合は(111)面)ではなく、これよりわずかに傾けた面を用いるものである。この傾きの角のことをオフアングルと呼ぶ。

オフアングルのある基板上に窒化ガリウムを成長させると、成長した窒化ガリウム結晶の方位は基板と同じだけ傾いたものとなる。しかしながら表面には成長丘は見られなくなり、通常化合物半導体を液相エピタキシャル成長したときの表面状態によく似た成長溝が一定方向に並んだ滑らかな表面が得られることが見出された。このことは、ミクロに考えると、オフアングルのある基板では表面に一定の方向性をもった結晶格子のステップが比較的高密度でかつ均一に分布しており、これ

を用いて行った。 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 結晶基板として、C面(1010)方向にオフアングル $0^{\circ}$ 、 $0.5^{\circ}$ 、 $2^{\circ}$ 、 $3.5^{\circ}$ 、 $4^{\circ}$ 、 $6^{\circ}$ のものを用いた。

成長した結晶を顕微鏡観察して、成長丘の密度、ビットの密度、表面状態の観察を行った。第1図は成長丘の数の変化を示す。明らかにオフアングルのある結晶では成長丘が少くなっている。特に亜鉛をドーブした層を亜鉛をドーブしない層の上に成長させた場合、オフアングル $0^{\circ}$ の場合は小さな成長丘が発生することがあるが、オフアングルのある場合には全くこれが見られなかった。

第2図は成長したままの結晶の表面にみられる六角形のビットの数を示す。このビットおよびその近くは非常に導電率が高く、また亜鉛をドーブしても絶縁性とならないので、素子作成のためには邪魔なものである。オフアングルが大きくなるとこのビットが増えていくことを示している。オフアングルが $5^{\circ}$ をこえると殆んど多結晶になってしまう。これらのことから、オフアングルの大きさとして $0.5^{\circ}$ から $4^{\circ}$ の範囲が適当であると

とが分った。

オフアングルの方向を $(11\bar{2}0)$ 方向としても結果はほぼ同様で、 $0.5^\circ \sim 4^\circ$ のオフアングルが適当であった。

#### <実施例2>

基板として六方晶系の $6H\text{SiC}$ のC面を用い実施例と同様のオフアングルの効果を調べたところ六角形のビットの他に $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ の場合にみられなかった不定形のビットも少数ながら現れた。この不定形ビットはオフアングルの大きさには余り依存しないようである。成長丘は $0.5^\circ$ ですで見られず、全体としてほぼ $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ の場合と同様な傾向を示した。またオフアングルのある場合には基板からエピ層が剥離する現象もみられなかった。

以上のように、オフアングルのある基板結晶を用いて窒化ガリウムを成長させることにより、特性のよいエピタキシャル層を得ることができる。

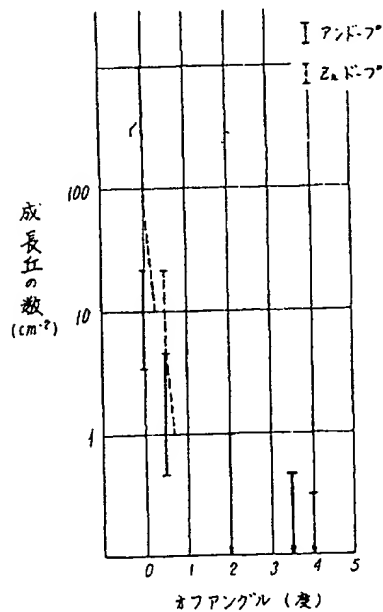
#### 4、図面の簡単な説明

第1図は本発明により成長した窒化ガリウム表

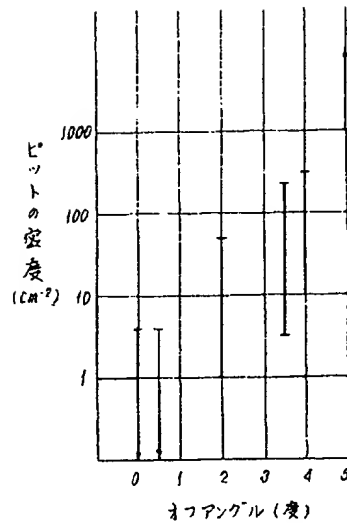
面の成長丘の数のオフアングル依存性を示す図、第2図は尚しくビット密度とオフアングルとの関係を示した図である。

代理人の氏名 弁理士 中 尾 敏 男 ほか1名

第 1 図



第 2 図



特許法第17条の2の規定による補正の掲載

昭和 54 年特許願第 134552 号（特開昭  
56-59699 号 昭和 56 年 5 月 23 日  
発行 公開特許公報 56-597 号掲載）につ  
いては特許法第17条の2の規定による補正があっ  
たので下記のとおり掲載する。 3（1）

Int. Cl.	識別記号	庁内整理番号
C30B 29/40		7417-4G
25/18		7417-4G
// H01L 21/205		7739-5F

手続補正書

昭和 59 年 7 月 11 日

特許庁長官殿

1 事件の表示

昭和 54 年 特 許 願 第 134552 号

2 発明の名称

窒化ガリウムの成長方法

3 補正をする者

事件との関係 特 許 出 願 人  
住 所 大阪府門真市大字門真1006番地  
名 称 (582) 松下電器産業株式会社  
代 表 者 山 下 俊 彦

4 代 理 人

〒 571

住 所 大阪府門真市大字門真1006番地  
松下電器産業株式会社内

氏 名 (5971) 弁理士 中 尾 敏 男  
(ほか 1 名)

(連絡先 電話(東京)437-1121 東京法律分室)

5 補正の対象

明細書の発明の詳細な説明の欄



式 1

2

6. 補正の内容

- (1) 明細書第3ページ第20行目の「不可能にするダイニン」を「不可能にしたり、ダイニン」と補正します。
- (2) 同第5ページ第10行目の「窒化カリウム」を「窒化ガリウム」と補正します。
- (3) 同第6ページ第2行目の「面(1010)方向」を「面から(1010)方向と補正します。
- (4) 同第7ページ第17行目の「窒化カリウム」を「窒化ガリウム」と補正します。